(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2023年8月24日(24.08.2023)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2023/157505 A1

(51) 国際特許分類:
G02B 6/02 (2006.01) *C03C 13/04* (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2023/000220

(22) 国際出願日： 2023年1月6日(06.01.2023)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(30) 優先権データ：
特願 2022-021856 2022年2月16日(16.02.2022) JP

(71) 出願人: 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目５番３３号 Osaka (JP).

(72) 発明者: 佐久間 洋宇 (SAKUMA Hirotaka); 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目５番３３号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP). 川口 雄揮 (KAWAGUCHI Yuki); 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目５番３３号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP). 佐藤 慎 (SATO Shin); 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目５番３３号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP).

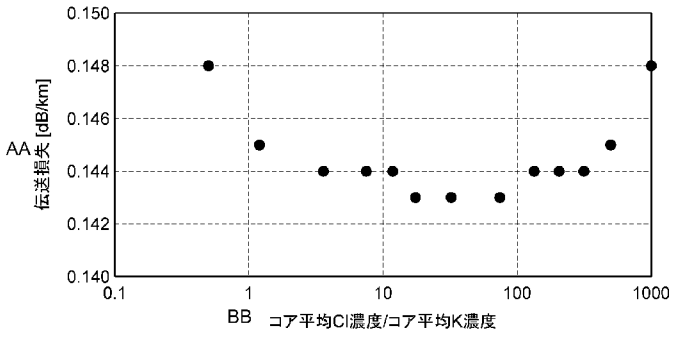
(74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外 (HASEGAWA Yoshiki et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目１番１号丸の内 ＭＹ ＰＬＡＺＡ（明治安田生命ビル） ９階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS,

(54) **Title:** OPTICAL FIBER

(54) 発明の名称： 光ファイバ



AA Transmission loss
BB Core average Cl concentration/core average K concentration

(57) **Abstract:** This optical fiber comprises a silica-based glass. The optical fiber is equipped with: a core containing chlorine and one or more elements from among an alkali metal element group comprising alkali metal elements and alkali earth metal elements; and cladding that surrounds the core and has a lower refractive index than the refractive index of the core. The average concentration CA of the alkali metal element group throughout the core and the average concentration CC of chlorine throughout the core satisfy CC/CA > 1.0.

(57) 要約：光ファイバは、シリカ系ガラスからなる。光ファイバは、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ金属元素群のうち一種類以上の元素、及び、塩素を含むコアと、コアを取り囲み、コアの屈折率よりも低い屈折率を有するクラッドと、を備える。アルカリ金属元素群のコア全体の平均濃度ＣＡ、及び、塩素のコア全体の平均濃度ＣＣは、ＣＣ／ＣＡ＞１．０を満たす。

WO 2023/157505 A1

［続葉有］

MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

一　国際調査報告（条約第21条(3)）

明　細　書

発明の名称 ： 光ファイバ

技術分野

[0001] 本開示は、光ファイバに関する。本出願は、２０２２年２月１６日出願の日本出願第２０２２－０２１８５６号に基づく優先権を主張し、前記日本出願に記載された全ての記載内容を援用するものである。

背景技術

[0002] 一般に、シリカ系ガラスからなるコアがアルカリ金属元素またはアルカリ土類金属元素を含んでいると、光ファイバ母材を線引して光ファイバを製造する際にコアの粘性が低減されるとともにガラスの再配列が促進されるので、光ファイバのレイリ散乱起因の伝送損失が低減される。以下では、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素の双方を「アルカリ金属元素群」という。

[0003] 特許文献１及び特許文献２には、シリカ系ガラスからなるコアがアルカリ金属元素群を含む光ファイバが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特表２００９－５４１７９６号公報
特許文献2：特開２０１７－７６０５３号公報

発明の概要

[0005] 本開示の一態様に係る光ファイバは、シリカ系ガラスからなる光ファイバであって、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ金属元素群のうち一種類以上の元素、及び、塩素を含むコアと、コアを取り囲み、コアの屈折率よりも低い屈折率を有するクラッドと、を備える。アルカリ金属元素群のコア全体の平均濃度ＣＡ、及び、塩素のコア全体の平均濃度ＣＣは、ＣＣ／ＣＡ＞１．０を満たす。

図面の簡単な説明

[0006] [図1]図１は、実施形態に係る光ファイバの断面図である。

[図2]図２は、光ファイバの製造方法を示すフローチャートである。

[図3]図３は、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度と伝送損失との関係を示すグラフである。

[図4]図４は、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度と伝送損失との関係を示すグラフである。

[図5]図５は、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度と伝送損失との関係を示すグラフである。

[図6]図６は、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度と伝送損失との関係を示すグラフである。

[図7]図７は、コア平均Ｆ濃度／コア平均Ｋ濃度と伝送損失との関係を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0007] ［本開示が解決しようとする課題］

アルカリ金属元素群を含むコアにおいて塩素が含有されていない場合（または、塩素含有量が少ない場合）、光ファイバ母材の状態ではコア部の中心部に添加されていたアルカリ金属元素群が線引時に拡散する際に、ガラス分子構造の結合が切断される。これにより、ガラス欠陥が発生し、ガラス欠陥由来の伝送損失増加が生じる。コアが十分な量の塩素を含んでいる場合、その塩素がガラス欠陥に結合する。これにより、ガラス欠陥の発生が抑制され、ガラス欠陥由来の伝送損失増加が低減される。

[0008] アルカリ金属元素群をコアに添加した光ファイバの伝送損失は、レイリ散乱損失、ガラス欠陥由来の損失、アルカリとハロゲン両方の濃度揺らぎ由来の損失を含む。よって、伝送損失を下げるためには、これらの損失の要因を最適化することが必要である。そのため、単一の元素の濃度の最適化だけでは伝送損失を十分に下げることができない。例えば定性的な議論ではあるが、アルカリ金属元素群が少ない場合にはガラス欠陥に結合する塩素が少なくてもよく、アルカリ金属元素群が多い場合にはガラス欠陥に結合する塩素が

多く必要となる。特許文献１及び特許文献２に記載の光ファイバでは、伝送損失を十分に低減することができない。

[0009] 本開示は、伝送損失を十分に低減することができる光ファイバを提供することを目的とする。

[0010] ［本開示の効果］

本開示によれば、伝送損失を十分に低減することができる光ファイバを提供することができる。

[0011] ［本開示の実施態様の説明］

最初に本開示の実施態様を列記して説明する。本開示の一態様に係る光ファイバは、シリカ系ガラスからなる光ファイバであって、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ金属元素群のうち一種類以上の元素、及び、塩素を含むコアと、コアを取り囲み、コアの屈折率よりも低い屈折率を有するクラッドと、を備える。アルカリ金属元素群のコア全体の平均濃度ＣＡ、及び、塩素のコア全体の平均濃度ＣＣは、ＣＣ／ＣＡ＞１．０を満たす。なお、本開示では、「濃度」はすべて「質量分率」で表現する。

[0012] 上記光ファイバでは、伝送損失を十分に低減することができる。

[0013] ＣＣ／ＣＡは、５００よりも小さくてもよい。

[0014] 光ファイバの中心軸からコアの半径の１／２の位置までにおいて、光ファイバの中心軸から半径ｒの位置でのアルカリ金属元素群の濃度ＣＡ（ｒ）の塩素の濃度ＣＣ（ｒ）に対する比ＣＣ（ｒ）／ＣＡ（ｒ）の値を最小二乗法で近似した直線は、正の傾きを有してもよい。

[0015] ＣＣ（ｒ）／ＣＡ（ｒ）は、光ファイバの中心軸から１μｍの範囲内で１未満であってもよい。

[0016] コアは、フッ素を更に含み、フッ素のコア全体の平均濃度ＣＦは、ＣＦ／ＣＡ≦１００を満たしてもよい。

[0017] アルカリ金属元素群のコア全体の平均濃度ＣＡは、質量分率０．２ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下であってもよい。

[0018] コアは、アルカリ金属元素群としてナトリウム、カリウム、ルビジウム、

セシウム、及び、カルシウムのうち一種類以上の元素を含んでもよい。

[0019] ［本開示の実施形態の詳細］

本開示の光ファイバの具体例を、以下に図面を参照しつつ説明する。なお、本発明はこれらの例示に限定されるものではなく、請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味及び範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。図面の説明において同一の要素には同一の符号を付し、重複する説明を省略する。

[0020] 図１は、実施形態に係る光ファイバの断面図である。図１に示されるように、実施形態に係る光ファイバ１は、コア１０と、クラッド２０と、を備える。光ファイバ１は、シリカ系ガラスからなる。

[0021] コア１０は、光ファイバ１の中心軸１ａに沿って延在している。コア１０の直径（コア径）は、例えば、７μｍ以上２０μｍ以下である。コア１０は、クラッド２０の屈折率よりも高い屈折率を有する。コア１０は、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ金属元素群のうち一種類以上の元素、及び、塩素を含む。コア１０は、アルカリ金属元素群として、ナトリウム、カリウム、ルビジウム、セシウム、カルシウムのうち一種類以上の元素を含む。アルカリ金属元素群のコア１０全体の平均濃度は、質量分率０．２ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である。塩素のコア１０全体の平均濃度は、質量分率１０ｐｐｍ以上１００００ｐｐｍ以下である。

[0022] アルカリ金属元素群のコア１０全体の平均濃度をＣＡ、塩素のコア１０全体の平均濃度をＣＣとすると、ＣＣ／ＣＡは、１．０よりも大きく、５００よりも小さい。光ファイバ１の中心軸１ａからコア１０の半径の１／２の位置までにおいて、中心軸１ａから半径ｒの位置でのアルカリ金属元素群の濃度ＣＡ（ｒ）の塩素の濃度ＣＣ（ｒ）に対する比ＣＣ（ｒ）／ＣＡ（ｒ）の値を最小二乗法で近似した直線は、正の傾きを有する。

[0023] コア１０は、フッ素を更に含む。フッ素のコア１０全体の平均濃度は、質量分率３０ｐｐｍ以上５１００ｐｐｍ以下である。フッ素のコア１０全体の平均濃度をＣＦとすると、ＣＦ／ＣＡは、１０００以下である。コア１０に

含まれるその他のドーパント及び不純物の濃度は、質量分率１０ｐｐｍ以下である。

[0024] 光ファイバ１に含まれる元素濃度の測定方法は、例えば次のとおりである。中心軸１ａに垂直な光ファイバ１の端面を研磨し、その端面において中心位置を通る直線に沿った各位置で電子線マイクロアナライザ（ＥＰＭＡ:Electron Probe Micro Analyzer）により、測定対象とする元素の半径ｒの位置での濃度Ｃ（ｒ）を測定する。ＥＰＭＡによる測定の条件は、例えば、加速電圧が２０ｋＶであり、プローブビーム径が１μｍ以下であり、測定間隔が１００ｎｍ以下である。コア１０の半径をａとすると、測定対象とする元素のコア１０全体における平均濃度は、下記（１）式で表される。なお、コア１０がアルカリ金属元素群のうちの二種類以上の元素を含む場合、各元素を測定対象として求めた濃度の和をＣＡ（ｒ）とし、各元素を測定対象として求めた平均濃度の和を平均濃度ＣＡとする。

[数1]

$$\frac{2\int_0^a C(r)\cdot r\cdot dr}{a^2} \quad (1)$$

[0025] クラッド２０は、コア１０を取り囲み、コア１０の屈折率よりも低い屈折率を有する。クラッド２０の直径は、例えば、１２４μｍ以上１２６μｍ以下である。クラッド２０は、例えば、コア１０を取り囲んでいる第１クラッドと、第１クラッドを取り囲んでいる第２クラッドとを含む。

[0026] 光ファイバ１のカットオフ波長は、例えば、１２００ｎｍ以上１６００ｎｍ以下である。光ファイバ１の実効断面積は、例えば、７０μｍ^{2}以上１７０μｍ^{2}以下である。

[0027] 図２は、光ファイバの製造方法を示すフローチャートである。以下の説明では、具体的な条件の一例についても記載している。図２に示されるように、光ファイバ１は、準備工程（ステップＳ１）、添加工程（ステップＳ２）、縮径工程（ステップＳ３）、エッチング工程（ステップＳ４）、中実化工程（ステップＳ５）、延伸研削工程（ステップＳ６）、ロッドインコラプス

工程（ステップＳ７）、ＯＶＤ工程（ステップＳ８）、及び、線引工程（ステップＳ９）を順に経て製造される。

[0028] 準備工程（ステップＳ１）では、アルカリ金属元素群等のドーパントを拡散させるべきシリカ系ガラスのガラスパイプを準備する。このガラスパイプの外直径は３０ｍｍ以上４０ｍｍ以下であり、内直径は１５ｍｍ以上２５ｍｍ以下である。このガラスパイプの元になるシリカ系ガラスの円柱体は、塩素及びフッ素を含む。この円柱体に含まれるフッ素の濃度は、質量分率３０ｐｐｍ以上５１００ｐｐｍ以下である。この円柱体に含まれるその他のドーパント及び不純物の濃度は、質量分率１０ｐｐｍ以下である。ここでいう濃度とは、円柱体全体の平均濃度であり、円柱体の半径をｂとすると、下記（２）式で表される。

[数2]

$$\frac{2\int_0^b C(r)\cdot r\cdot dr}{b^2} \quad (2)$$

[0029] 円柱体における元素の半径ｒの位置での濃度Ｃ（ｒ）は、光ファイバの時と同じくＥＰＭＡにより測定される。測定条件は、光ファイバの時と異なっていてもよい。それぞれの条件での検量線を用いて濃度を算出していれば問題は無い。

[0030] 添加工程（ステップＳ２）では、アルカリ金属元素群のドーパントをシリカ系ガラスのガラスパイプ（以下、ガラスパイプ）の内表面に添加する。ここでは、カリウム元素を添加する場合について説明する。原料として臭化カリウム（ＫＢｒ）６ｇ以上５０ｇ以下を用いる。この原料を外部熱源で温度７５０℃以上８５０℃以下に加熱して、原料蒸気を発生させる。１ＳＬＭ（標準状態に換算して１リットル／ｍｉｎ）の流量の酸素からなるキャリアガスと共に原料蒸気をガラスパイプの内部に導入しながら、外部から酸水素バーナによってガラスパイプの外表面が温度１４００℃以上２０００℃以下となるようにガラスパイプを加熱する。このとき、３０ｍｍ／ｍｉｎ以上６０ｍｍ／ｍｉｎ以下の速さでバーナをトラバースさせて合計５ターン以上２０

ターン以下で加熱し、カリウム元素をガラスパイプの内面に拡散添加させる。

[0031] 縮径工程（ステップＳ３）では、カリウムが添加されたガラスパイプを縮径する。このとき、ガラスパイプの内部に酸素を０．５ＳＬＭ以上１．０ＳＬＭ以下で流しながら、外部熱源によってガラスパイプの外表面が２０００℃以上２３００℃以下となるようにガラスパイプを加熱する。外部熱源をトラバースさせて合計５ターン以上１５ターン以下で加熱し、ガラスパイプを内直径が３ｍｍ以上８ｍｍ以下になるまで縮径する。

[0032] エッチング工程（ステップＳ４）では、ガラスパイプの内面をエッチングする。このとき、SF_6（０．２ＳＬＭ以上１．０ＳＬＭ以下）及び塩素（０．５ＳＬＭ以上１．０ＳＬＭ以下）の混合ガスをガラスパイプの内部に導入しながら、外部熱源でガラスパイプを加熱して気相エッチングを行う。このようにすることで、目的のドーパントと共に添加された不純物を高濃度に含むガラスパイプの内面を削ることができ、この不純物を除去することができる。

[0033] 中実化工程（ステップＳ５）では、ガラスパイプを中実化する。中実化工程では、酸素（０．１ＳＬＭ以上０．５ＳＬＭ以下）及びＨｅ（０．５ＳＬＭ以上１．０ＳＬＭ以下）の単一あるいは混合ガスをガラスパイプの内部に導入し、ガラスパイプ内の絶対圧を９７ｋＰａ以下に減圧しながら、表面温度を２０００℃以上２３００℃以下として、ガラスパイプ中実化する。この中実化により、ガラスロッドからなるコア部（外径２０ｍｍ以上３０ｍｍ以下）を得る。このガラスロッドの外側にＯＶＤ（Outside Vapor Deposition）法またはコラプス法といった公知の方法でアルカリ金属元素群を含まないコア層を付与してもよい。

[0034] 延伸研削工程（ステップＳ６）では、コア部を延伸して直径１５ｍｍ以上２５ｍｍ以下とし、更にコア部の外周部を研削して直径１５ｍｍ以上２５ｍｍ以下とする。この部分が光ファイバ１のコア１０となる。ただし、延伸直後の直径の方が研削後の直径よりも大きいこととする。

[0035] ロッドインコラプス工程（ステップＳ７）では、コア部をロッドとして用

いると共に、フッ素が添加されたシリカ系ガラスパイプをパイプとして用い、ロッドインコラプスを行う。このロッドインコラプス法によれば、コア部と、フッ素が添加されたシリカ系ガラスパイプとは、外部熱源により加熱されて一体化される。これによりコア部の周りに第１クラッド部が付加される。コア部と第１クラッド部との相対比屈折率差は最大で０．３４％程度である。このロッドインコラプス法による第１クラッド部の付加の結果、コア部及びその近傍の第１クラッド部の水分量を十分に低く抑制することが可能である。

[0036] ＯＶＤ工程（ステップＳ８）では、コア部及び第１クラッド部が一体化されてなるロッドを延伸して所定径とした後、そのロッドの外側にフッ素を含む第２クラッド部をＯＶＤ法により合成する。これにより、光ファイバ母材が製造される。

[0037] 線引工程（ステップＳ９）では、光ファイバ母材を線引することにより光ファイバ１を製造する。線引き速度は６００ｍ／ｍｉｎ以上２３００ｍ／ｍｉｎ以下である。線引き張力は、例えば０．５Ｎである。

[0038] 表１は、製造し評価した光ファイバそれぞれの諸元を纏めた表である。表１には、光ファイバのそれぞれについて、波長１５５０ｎｍにおける伝送損失（α１．５５）、コア径、カットオフ波長（λｃｃ）、波長１５５０ｎｍにおける実効断面積（Ａｅｆｆ）、カリウムのコア全体の平均濃度（コア平均Ｋ濃度ＣＡ）、塩素のコア全体の平均濃度（コア平均ＣＩ濃度ＣＣ）、フッ素のコア全体の平均濃度（コア平均Ｆ濃度ＣＦ）、コア平均ＣＩ濃度／コア平均Ｋ濃度（ＣＣ／ＣＡ）、及び、コア平均Ｆ濃度／コア平均Ｋ濃度（ＣＦ／ＣＡ）が示されている。濃度はすべて「質量分率」である。

[0039]

[表1]

	α1.55 [dB/km]	コア径 [μm]	λcc [nm]	Aeff [μm²]	CA [ppm]	CC [ppm]	CF [ppm]	CC/CA	CF/CA
ファイバ1	0.148	11.3	1485	113	43	20	2026	0.5	46.6
ファイバ2	0.145	11.3	1479	115	43	50	2018	1.2	47.1
ファイバ3	0.144	11.0	1498	111	42	150	2046	3.6	49.2
ファイバ4	0.144	11.0	1471	113	40	300	2049	7.5	51.0
ファイバ5	0.144	11.2	1483	113	41	480	2000	11.8	49.0
ファイバ6	0.143	11.4	1478	113	42	730	1951	17.5	46.7
ファイバ7	0.143	11.1	1485	113	44	1400	1996	32.1	45.7
ファイバ8	0.143	11.4	1496	112	43	3200	2015	74.3	46.8
ファイバ9	0.144	11.3	1494	111	42	5600	1967	134.1	47.1
ファイバ10	0.144	11.1	1513	110	43	8900	1980	205.8	45.8
ファイバ11	0.144	11.1	1513	110	41	13000	1959	314.7	47.4
ファイバ12	0.145	11.2	1518	112	42	21000	2012	497.2	47.6
ファイバ13	0.148	11.1	1505	111	40	40000	2003	997.0	49.9
ファイバ14	0.149	11.1	1477	112	1	1986	2042	1985.7	2042.0
ファイバ15	0.148	11.3	1505	115	2	2001	2030	1000.5	1015.2
ファイバ16	0.144	11.1	1493	114	10	2025	2018	202.5	201.8
ファイバ17	0.144	11.1	1499	111	23	1976	2028	85.9	88.2
ファイバ18	0.143	11.1	1498	112	45	1970	1958	43.8	43.5
ファイバ19	0.143	11.3	1498	110	90	1991	2029	22.1	22.5
ファイバ20	0.144	11.5	1511	110	210	2035	1985	9.7	9.5
ファイバ21	0.144	11.5	1508	114	310	2027	2004	6.5	6.5
ファイバ22	0.144	11.0	1487	113	1000	1997	1953	2.0	2.0
ファイバ23	0.145	11.2	1516	110	1800	2001	2013	1.1	1.1
ファイバ24	0.148	11.3	1502	110	2500	1988	1997	0.8	0.8
ファイバ25	0.144	11.6	1510	114	43	1962	30	45.9	0.7
ファイバ26	0.144	11.4	1511	111	41	1969	300	47.6	7.2
ファイバ27	0.143	11.6	1512	110	43	2042	700	47.1	16.1
ファイバ28	0.143	11.4	1485	114	43	2000	1010	46.3	23.4
ファイバ29	0.144	11.4	1506	111	41	2023	1570	49.7	38.6
ファイバ30	0.144	11.1	1501	114	42	1969	2010	47.2	48.2
ファイバ31	0.144	11.6	1482	111	43	1965	3200	45.6	74.2
ファイバ32	0.144	11.1	1474	114	43	2009	4300	46.7	100.0
ファイバ33	0.148	11.4	1486	114	43	1976	5100	46.4	119.7

[0040] ファイバ１から１３は、コア平均ＣｌＣｌ濃度を質量分率２０ｐｐｍから４００００ｐｐｍまで変化させて製造した光ファイバ群である。コア平均ＣｌＣｌ濃

度は、準備工程で準備したガラスパイプの元となるシリカ系ガラスの円柱体の塩素濃度により変化させた。ファイバ１から１３では、コア平均Ｋ濃度は、質量分率４０ｐｐｍから４３ｐｐｍの間に保たれている。コア平均Ｆ濃度は、概ね質量分率２０００ｐｐｍに保たれている。

[0041] 図３では、ファイバ１から１３のそれぞれについて、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度と波長１５５０ｎｍにおける伝送損失とがプロットされている。図４は、図３の横軸をＬｏｇスケールにしたグラフである。図３及び図４に示されるように、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度が１．０より小さい場合に伝送損失が大きくなる。これは塩素の添加濃度に対し、相対的にカリウムの添加濃度が高く、線引時に生じたガラス欠陥の量に対して結合する塩素が不足するためと考えられる。一方、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度が５００より大きくなる場合にも伝送損失が大きくなる。この場合、ガラス欠陥に対して塩素が十分に結合しているものの、塩素の添加濃度が高く、濃度揺らぎ起因の伝送損失増が生じたと考えられる。

[0042] ファイバ１４から２４は、コア平均Ｋ濃度を質量分率１ｐｐｍから２５００ｐｐｍまで変化させて製造した光ファイバ群である。コア平均Ｋ濃度は、添加工程におけるカリウムの添加量により変化させた。ファイバ１４から２４では、コア平均ＣｌＩ濃度は、概ね質量分率２０００ｐｐｍに保たれている。コア平均Ｆ濃度は、概ね質量分率２０００ｐｐｍに保たれている。

[0043] 図５では、ファイバ１４から２４のそれぞれについて、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度と波長１５５０ｎｍにおける伝送損失とがプロットされている。図６は、図５の横軸をＬｏｇスケールにしたグラフである。図３及び図４と同様に図５及び図６においても、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度が１．０より小さい場合に伝送損失が大きくなっている。これは塩素の添加濃度に対し、相対的にカリウムの添加濃度が高く、線引時に生じたガラス欠陥の量に対して結合する塩素が不足するためと考えられる。一方、コア平均ＣｌＩ濃度／コア平均Ｋ濃度が５００より大きくなる場合にも伝送損失が大きくなる。この場合、ガラス欠陥に対して塩素が十分に結合しているものの、

塩素の添加濃度が高く、濃度揺らぎ起因の伝送損失増が生じたと考えられる。

[0044] ファイバ２５からファイバ３３は、コア平均Ｆ濃度を質量分率３０ｐｐｍから５１００ｐｐｍまで変化させて製造した光ファイバ群である。コア平均Ｆ濃度は、準備工程で準備したガラスパイプの元となるシリカ系ガラスの円柱体のフッ素濃度により変化させた。ファイバ２５から３３では、コア平均Ｋ濃度は、質量分率４１ｐｐｍから４３ｐｐｍの間に保たれている。コア平均ＣＩ濃度は、概ね質量分率２０００ｐｐｍに保たれている。

[0045] 図７では、ファイバ２５から３３のそれぞれについて、コア平均Ｆ濃度／コア平均Ｋ濃度と波長１５５０ｎｍにおける伝送損失とがプロットされている。図７に示されるように、コア平均Ｆ濃度／コア平均Ｋ濃度が１００以下の場合、伝送損失が安定して低い。これは、フッ素の添加により生じる伝送損失低減効果と伝送損失増加効果とが概ね同等であるからと考えられる。伝送損失低減効果は、フッ素の添加により粘性が低下し、それによりレイリ散乱が低下するために生じる。伝送損失増加効果は、フッ素の添加により濃度揺らぎが増加するために生じる。一方、コア平均Ｆ濃度／コア平均Ｋ濃度が１００より大きくなる場合、伝送損失が大きくなる。これは、フッ素の添加により生じる伝送損失低減効果よりも、伝送損失増加効果が大きくなったためと考えられる。

[0046] 表２は、コアにおけるカリウム濃度と塩素濃度との比であるＣＩ濃度／Ｋ濃度の半径方向のプロファイルと伝送損失との関係について調査した結果を示す表である。表２では、ＣＩ濃度／Ｋ濃度のプロファイルが、光ファイバの中心軸からコア半径の１／２より小さい範囲、及び、コア半径の１／２より大きい範囲のそれぞれにおいて、増加傾向か否かが示されている。ここで、半径とＣＩ濃度／Ｋ濃度とで最小二乗法による傾きを取得し、その傾きが正の場合に増加傾向であるとする。ゼロまたは負の場合を増加傾向ではないとする。

[表2]

	α1.55 [dB/km]	Cl 濃度/K 濃度のプロファイル	
		コア半径の 1/2 より小さい範囲	コア半径の 1/2 より大きい範囲
ファイバ A1	0.143	増加傾向	増加傾向
ファイバ A2	0.144	増加傾向	増加傾向ではない
ファイバ A3	0.145	増加傾向ではない	増加傾向
ファイバ A4	0.145	増加傾向ではない	増加傾向ではない

[0047] ファイバＡ１からＡ４は、コアにおけるＣｌ濃度／Ｋ濃度のプロファイルを変化させて製造した光ファイバ群である。塩素濃度はコア全体で概ね一定であるため、コアにおけるＣｌ濃度／Ｋ濃度のプロファイルは、カリウムの濃度プロファイルにより変化させることができる。ファイバＡ１からＡ４は、実効断面積を１１０μｍ^{2}以上１１５μｍ^{2}以下の範囲、カットオフ波長を１５００ｎｍ以上１５２５ｎｍ以下の範囲、コア平均Ｋ濃度を３８ｐｐｍ以上４３ｐｐｍ以下の範囲、コア平均Ｃｌ濃度を１０００ｐｐｍ以上１５００ｐｐｍ以下の範囲、コア平均Ｆ濃度を１８００ｐｐｍ以上２２００ｐｐｍ以下の範囲として製造された。

[0048] コア半径の１／２より小さい範囲におけるＣｌ濃度／Ｋ濃度のプロファイルが増加傾向であれば、コア半径の１／２よりも大きい範囲におけるＣｌ濃度／Ｋ濃度のプロファイルがどのような傾向を示すかによらず、伝送損失は良好であった。これは、伝送される光のパワーが高いコア中心部において、Ｃｌ濃度／Ｋ濃度を単調増加させることにより、コア内における屈折率などの不整合による散乱損失が低減されるためと考えられる。

[0049] 表３は、光ファイバの中心軸から１μｍの範囲内のＣｌ濃度／Ｋ濃度の最大値に着目して調査した結果を示す表である。

[表3]

	α1.55 [dB/km]	中心軸から1μm内のCl濃度/K濃度の最大値	Cl濃度/K濃度のプロファイル	
			コア半径の1/2より小さい範囲	コア半径の1/2より大きい範囲
ファイバB1	0.142	0.2	増加傾向	増加傾向
ファイバB2	0.143	0.3	増加傾向	増加傾向
ファイバB3	0.146	1.1	増加傾向	増加傾向
ファイバB4	0.146	1.2	増加傾向	増加傾向

[0050] ファイバＢ１からＢ４は、コアにおけるＣｌ濃度／Ｋ濃度のプロファイルが、光ファイバの中心軸からコア半径の１／２より小さい範囲、及び、コア半径の１／２より大きい範囲のそれぞれにおいて、増加傾向となるように製造された光ファイバ群である。ファイバＢ１からＢ４は、実効断面積を１１０μｍ^{2}以上１１５μｍ^{2}以下の範囲、カットオフ波長を１５００ｎｍ以上１５２５ｎｍ以下の範囲、コア平均Ｋ濃度を３８ｐｐｍ以上４３ｐｐｍ以下の範囲として製造された。

[0051] 光ファイバの中心軸から１μｍの範囲内のＣｌ濃度／Ｋ濃度の最大値が１．０以上の場合に、伝送損失が高くなる。この理由について、同じＫ濃度に対して塩素濃度が高くなることにより、光ファイバ母材にした時に微細な結晶が発生し、それが光ファイバにした時に散乱損失の増加につながるためと推測される。

[0052] 以上、実施形態について説明してきたが、本開示は必ずしも上述した実施形態及び変形例に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で様々な変更が可能である。

符号の説明

[0053] １…光ファイバ

１ａ…中心軸

１０…コア

２０…クラッド

請求の範囲

[請求項1] シリカ系ガラスからなる光ファイバであって、

アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ金属元素群のうち一種類以上の元素、及び、塩素を含むコアと、

前記コアを取り囲み、前記コアの屈折率よりも低い屈折率を有するクラッドと、を備え、

前記アルカリ金属元素群の前記コア全体の平均濃度ＣＡ、及び、塩素の前記コア全体の平均濃度ＣＣは、ＣＣ／ＣＡ＞１．０を満たす、

光ファイバ。

[請求項2] 前記ＣＣ／ＣＡは、５００よりも小さい、

請求項１に記載の光ファイバ。

[請求項3] 前記光ファイバの中心軸から前記コアの半径の１／２の位置までにおいて、前記光ファイバの中心軸から半径ｒの位置での前記アルカリ金属元素群の濃度ＣＡ（ｒ）の塩素の濃度ＣＣ（ｒ）に対する比ＣＣ（ｒ）／ＣＡ（ｒ）の値を最小二乗法で近似した直線は、正の傾きを有する、

請求項１または請求項２に記載の光ファイバ。

[請求項4] 前記ＣＣ（ｒ）／ＣＡ（ｒ）は、前記光ファイバの中心軸から１μｍの範囲内で１未満である、

請求項３に記載の光ファイバ。

[請求項5] 前記コアは、フッ素を更に含み、

フッ素の前記コア全体の平均濃度ＣＦは、ＣＦ／ＣＡ≦１００を満たす、

請求項１から請求項４のいずれか一項に記載の光ファイバ。

[請求項6] 前記アルカリ金属元素群の前記コア全体の平均濃度ＣＡは、質量分率０．２ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である、

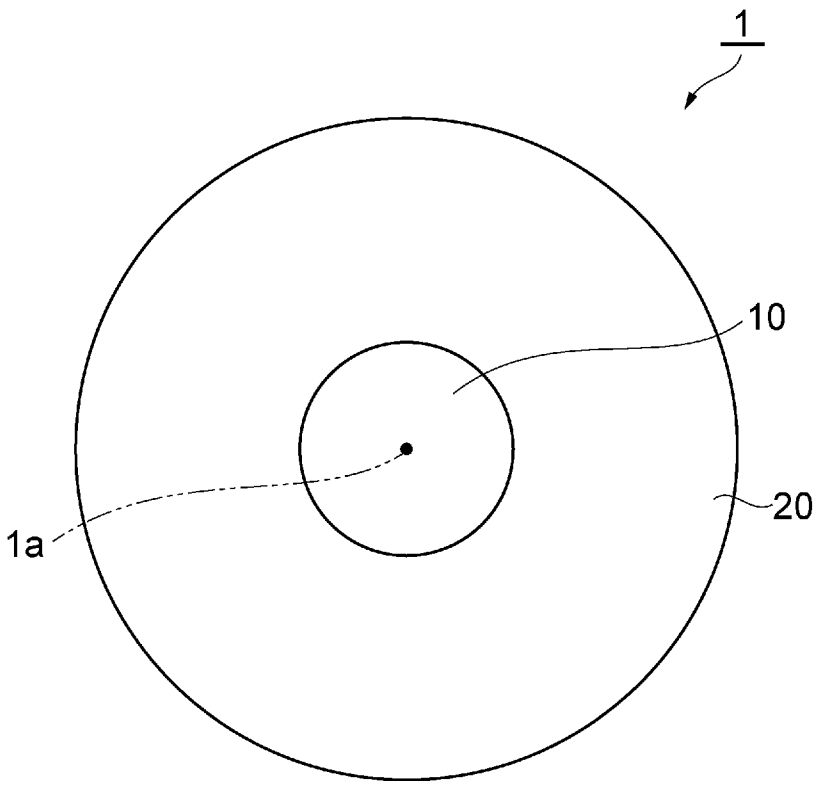
請求項１から請求項５のいずれか一項に記載の光ファイバ。

[請求項7] 前記コアは、前記アルカリ金属元素群としてナトリウム、カリウム

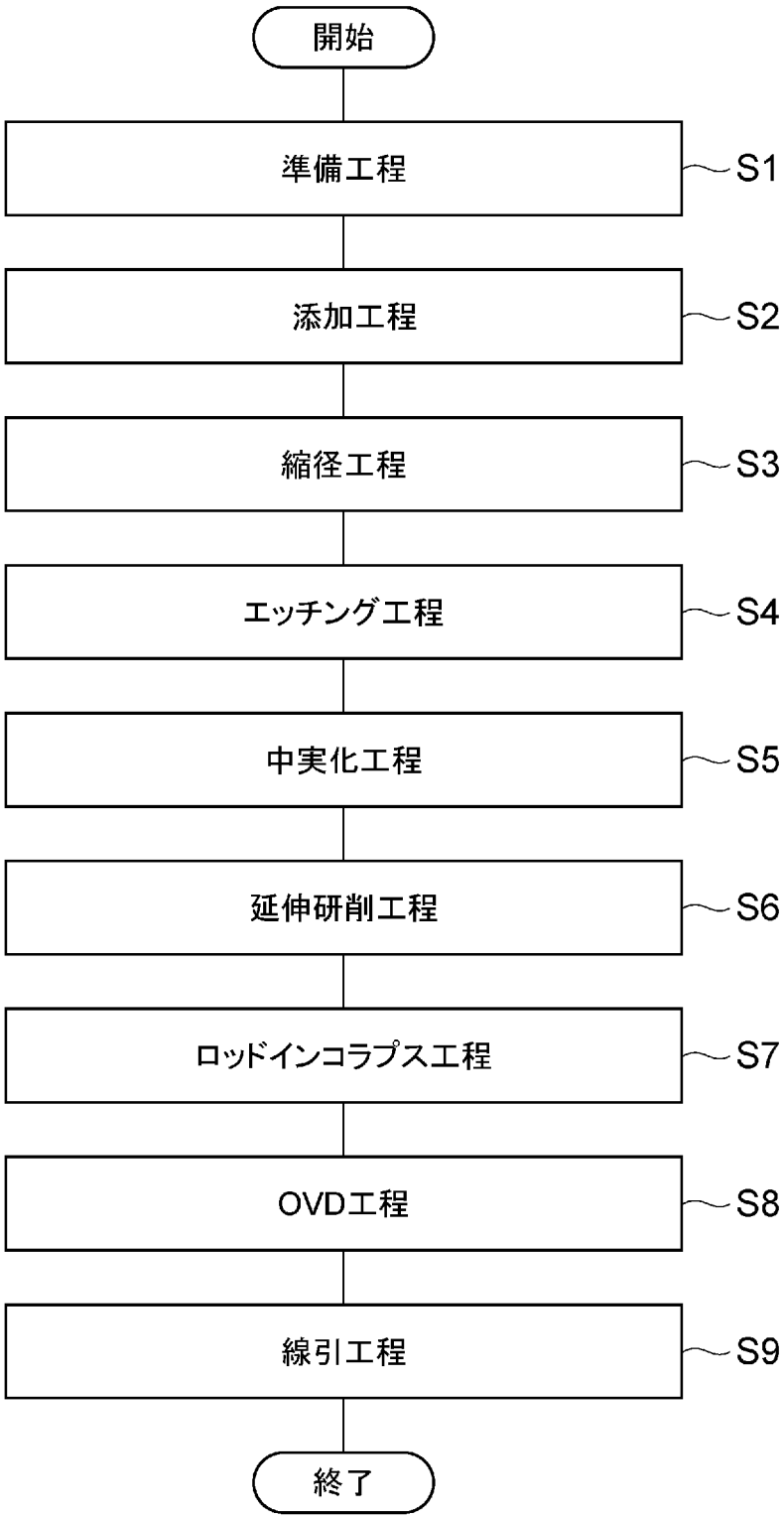
、ルビジウム、セシウム、及び、カルシウムのうち一種類以上の元素を含む、

請求項１から請求項６のいずれか一項に記載の光ファイバ。

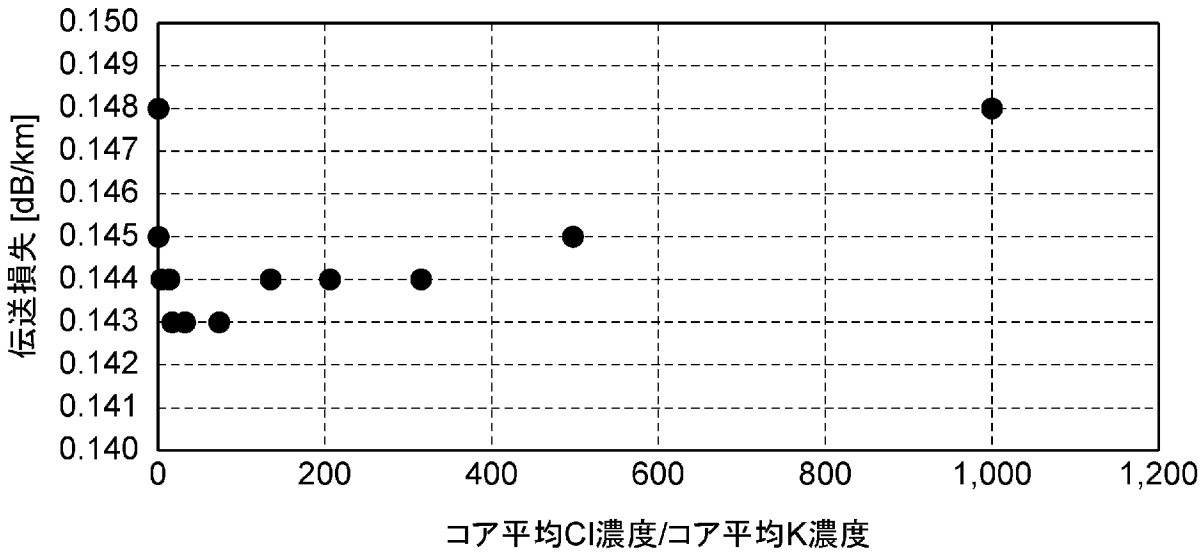
[図1]



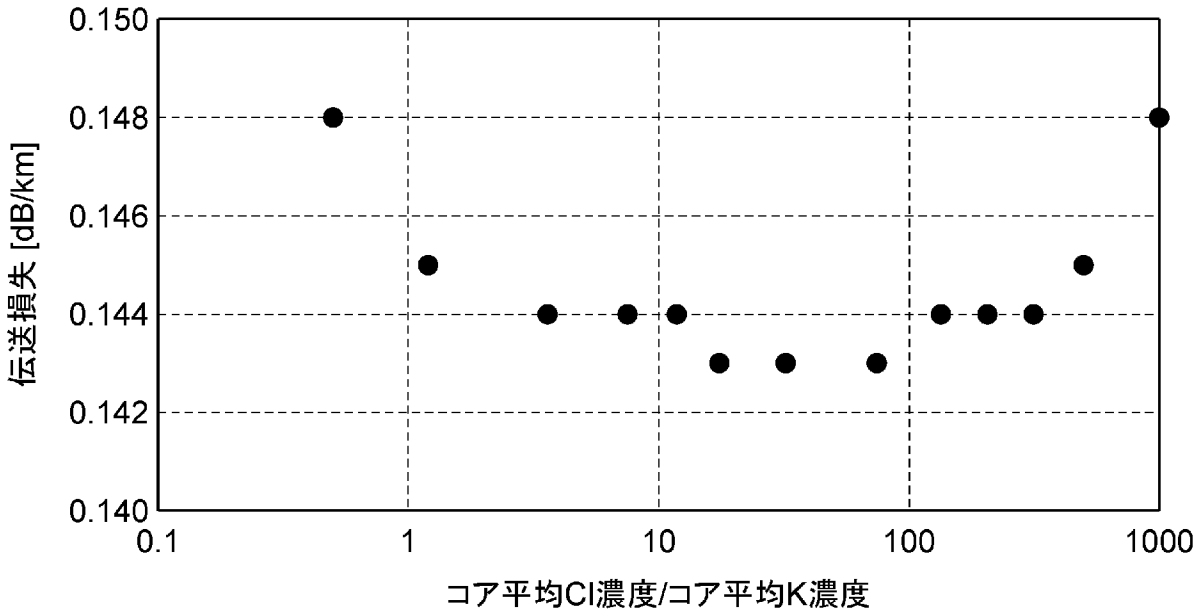
[図2]


開始
準備工程
S1
添加工程
S2
縮径工程
S3
エッチング工程
S4
中実化工程
S5
延伸研削工程
S6
ロッドインコラプス工程
S7
OVD工程
S8
線引工程
S9
終了

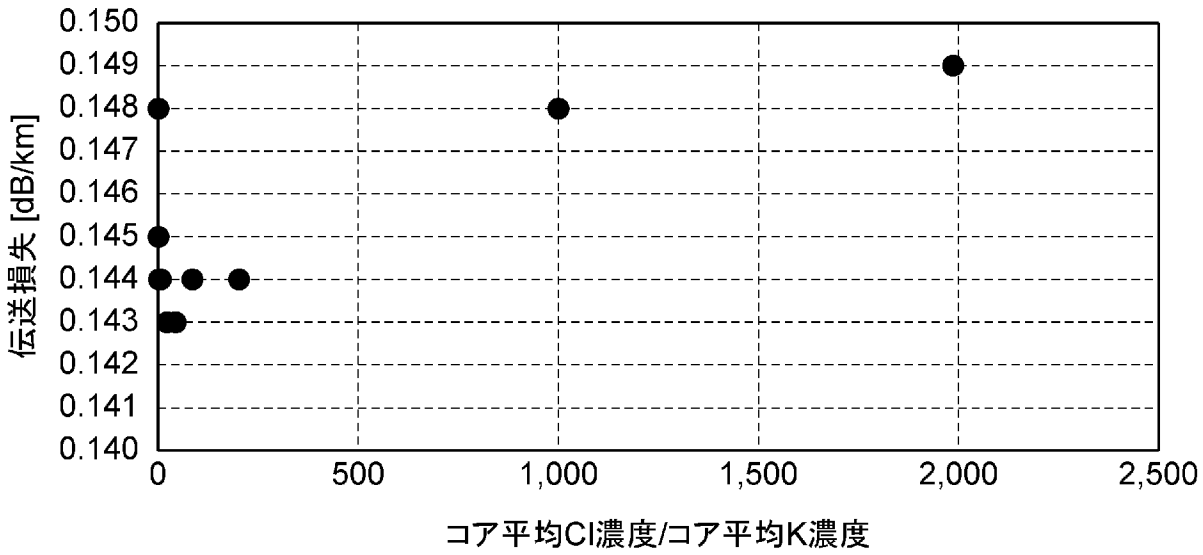
[図3]


0.150
0.149
0.148
0.147
0.146
0.145
0.144
0.143
0.142
0.141
0.140
伝送損失 [dB/km]
0
200
400
600
800
1,000
1,200
コア平均Cl濃度/コア平均K濃度

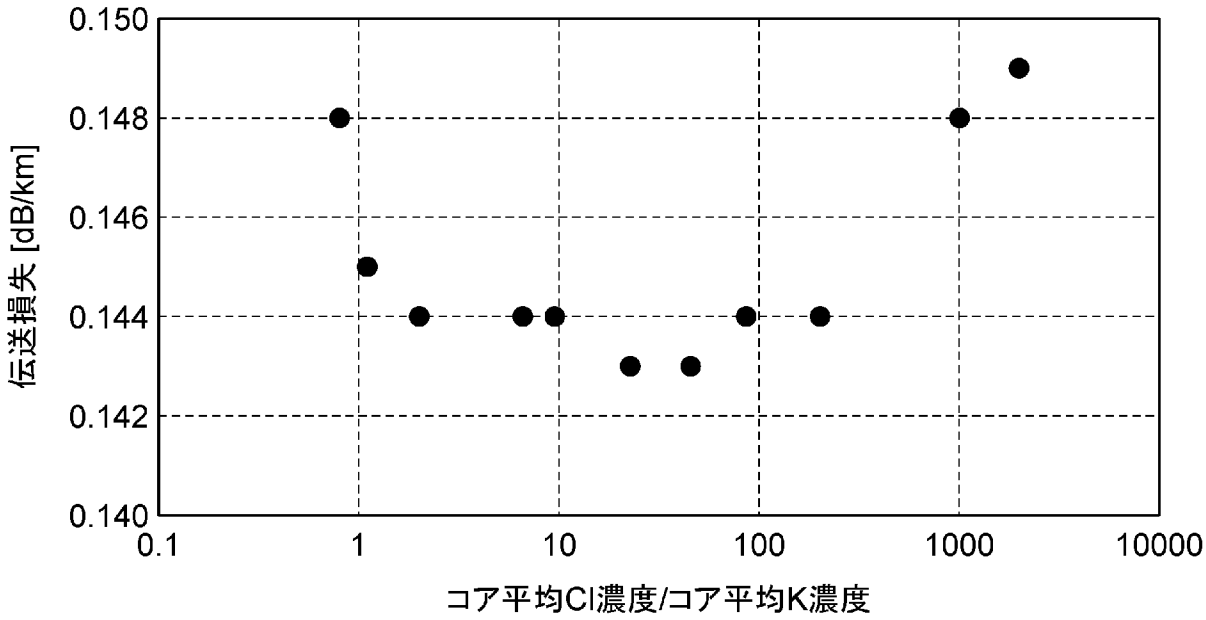
[図4]


0.150
0.148
0.146
0.144
0.142
0.140
伝送損失 [dB/km]
0.1
1
10
100
1000
コア平均Cl濃度/コア平均K濃度

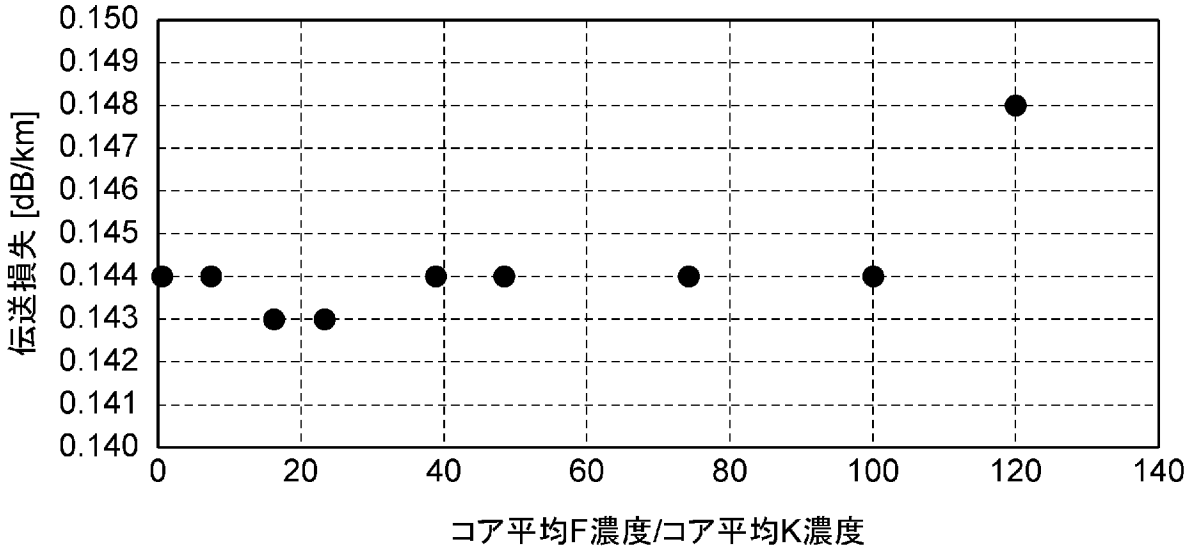
[図5]


0.150
0.149
0.148
0.147
0.146
0.145
0.144
0.143
0.142
0.141
0.140
伝送損失 [dB/km]
0
500
1,000
1,500
2,000
2,500
コア平均Cl濃度/コア平均K濃度

[図6]


0.150
0.148
0.146
0.144
0.142
0.140
伝送損失 [dB/km]
0.1
1
10
100
1000
10000
コア平均Cl濃度/コア平均K濃度

[図7]


0.150
0.149
0.148
0.147
0.146
0.145
0.144
0.143
0.142
0.141
0.140
伝送損失 [dB/km]
0
20
40
60
80
100
120
140
コア平均F濃度/コア平均K濃度

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2023/000220

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G02B 6/02(2006.01)i; ***C03C 13/04***(2006.01)i
FI: G02B6/02 376A; C03C13/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G02B6/02-6/036; C03C13/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023
Registered utility model specifications of Japan 1996-2023
Published registered utility model applications of Japan 1994-2023

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2020-12933 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 23 January 2020 (2020-01-23) paragraphs [0015]-[0036], fig. 3-6	1-3, 5-7
X	JP 2019-191297 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 31 October 2019 (2019-10-31) paragraphs [0013]-[0038], fig. 1-5	1-3, 5-7
X	JP 2015-105199 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 08 June 2015 (2015-06-08) paragraphs [0016]-[0053], fig. 1-7	1-4, 6-7
X	JP 2012-229150 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 22 November 2012 (2012-11-22) paragraphs [0027]-[0042], [0065], [0076], fig. 3, 4	1, 6-7
X	JP 2009-541796 A (CORNING INC.) 26 November 2009 (2009-11-26) paragraphs [0028]-[0033]	1, 6-7

☑ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
24 February 2023	**07 March 2023**
Name and mailing address of the ISA/JP **Japan Patent Office (ISA/JP)** **3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915** **Japan**	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2023/000220

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2017-76053 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 20 April 2017 (2017-04-20) entire text, all drawings	1-7
A	JP 2007-504080 A (CORNING INC.) 01 March 2007 (2007-03-01) entire text, all drawings	1-7
A	US 2021/0294029 A1 (CORNING INC.) 23 September 2021 (2021-09-23) entire text, all drawings	1-7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2023/000220

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 2020-12933 A	23 January 2020	US 2020/0024182 A1 paragraphs [0018]-[0037], fig. 3-6 GB 2576819 A FR 3084073 A1 CN 110727044 A	
JP 2019-191297 A	31 October 2019	US 2019/0324195 A1 paragraphs [0014]-[0036], fig. 1-5 GB 2574317 A FR 3080463 A1 CN 110389405 A	
JP 2015-105199 A	08 June 2015	WO 2015/079987 A1	
JP 2012-229150 A	22 November 2012	US 2012/0263427 A1 paragraphs [0036]-[0050], [0072], tables, fig. 4, 5 EP 2511741 A2 CN 102730977 A	
JP 2009-541796 A	26 November 2009	US 2007/0297735 A1 paragraphs [0031]-[0036] WO 2007/149344 A1 EP 2035869 A1 KR 10-2009-0024271 A CN 101495893 A	
JP 2017-76053 A	20 April 2017	US 2017/0108642 A1 GB 2543956 A FR 3042606 A1 CN 106908897 A	
JP 2007-504080 A	01 March 2007	US 2005/0063663 A1 WO 2005/021455 A2 EP 1663890 A2 CN 1842499 A KR 10-2006-0123712 A	
US 2021/0294029 A1	23 September 2021	WO 2021/188289 A1 EP 3882676 A1 NL 2025269 B	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2023/000220

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

G02B 6/02(2006.01)i; C03C 13/04(2006.01)i
FI: G02B6/02 376A; C03C13/04

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

G02B6/02-6/036; C03C13/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２３年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２３年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２３年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 2020-12933 A (住友電気工業株式会社) 23.01.2020 (2020-01-23) 段落 [0015] - [0036], 第3-6図	1-3, 5-7
X	JP 2019-191297 A (住友電気工業株式会社) 31.10.2019 (2019-10-31) 段落 [0013] - [0038], 第1-5図	1-3, 5-7
X	JP 2015-105199 A (住友電気工業株式会社) 08.06.2015 (2015-06-08) 段落 [0016] - [0053], 第1-7図	1-4, 6-7
X	JP 2012-229150 A (住友電気工業株式会社) 22.11.2012 (2012-11-22) 段落 [0027] - [0042], [0065], [0076], 第3-4図	1, 6-7
X	JP 2009-541796 A (コーニング インコーポレイテッド) 26.11.2009 (2009-11-26) 段落 [0028] - [0033]	1, 6-7
A	JP 2017-76053 A (住友電気工業株式会社) 20.04.2017 (2017-04-20) 全文, 全図	1-7
A	JP 2007-504080 A (コーニング インコーポレイテッド) 01.03.2007 (2007-03-01) 全文, 全図	1-7

☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
"A" 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
"E" 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
"L" 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
"O" 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
"P" 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
"T" 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
"X" 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
"Y" 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
"&" 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
24.02.2023	07.03.2023

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
山本　元彦 2L 3914

電話番号 03-3581-1101 内線 3295

C.　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	US 2021/0294029 A1 (CORNING INCORPORATED) 23.09.2021 (2021-09-23) 全文，全図	1-7

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2023/000220

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2020-12933 A	23.01.2020	US 2020/0024182 A1 段落［0018］－［0037］，第3-6図 GB 2576819 A FR 3084073 A1 CN 110727044 A	
JP 2019-191297 A	31.10.2019	US 2019/0324195 A1 段落［0014］－［0036］，第1-5図 GB 2574317 A FR 3080463 A1 CN 110389405 A	
JP 2015-105199 A	08.06.2015	WO 2015/079987 A1	
JP 2012-229150 A	22.11.2012	US 2012/0263427 A1 段落［0036］－［0050］，［0072］，TABLE，第4-5図 EP 2511741 A2 CN 102730977 A	
JP 2009-541796 A	26.11.2009	US 2007/0297735 A1 段落［0031］－［0036］ WO 2007/149344 A1 EP 2035869 A1 KR 10-2009-0024271 A CN 101495893 A	
JP 2017-76053 A	20.04.2017	US 2017/0108642 A1 GB 2543956 A FR 3042606 A1 CN 106908897 A	
JP 2007-504080 A	01.03.2007	US 2005/0063663 A1 WO 2005/021455 A2 EP 1663890 A2 CN 1842499 A KR 10-2006-0123712 A	
US 2021/0294029 A1	23.09.2021	WO 2021/188289 A1 EP 3882676 A1 NL 2025269 B	